



## Striction de l'acier 9Cr-1Mo modifié sollicité en fluage

Rattanak Lim, Maxime Sauzay, France Dalle, Ivan Tournié, Patrick Bonnaillie, Anne-Françoise Gourgues

### ► To cite this version:

Rattanak Lim, Maxime Sauzay, France Dalle, Ivan Tournié, Patrick Bonnaillie, et al.. Striction de l'acier 9Cr-1Mo modifié sollicité en fluage. XIXème Congrès Français de Mécanique, Aug 2009, Marseille, France. 6 p. hal-00664500

**HAL Id: hal-00664500**

**<https://hal-mines-paristech.archives-ouvertes.fr/hal-00664500>**

Submitted on 31 Jan 2012

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Striction de l'acier 9Cr-1Mo modifié sollicité en fluage

R. LIM<sup>a,c</sup>, M. SAUZAY<sup>a</sup>, F. DALLE<sup>a</sup>, I. TOURNIE<sup>a</sup>, P. BONNAILLE<sup>b</sup>, A.F. GOURGUES<sup>c</sup>

a. Commissariat à l'Energie Atomique, DEN/DMN/SRMA, 91191 Gif-sur-Yvette cedex, France

b. Commissariat à l'Energie Atomique, DEN/DMN/SRMP, 91191 Gif-sur-Yvette cedex, France

c. MINES ParisTech/Centre des Matériaux UMR CNRS 7633, BP 87, 91003 Evry cedex, France  
rattanak.lim@cea.fr

## Résumé

Nous étudions le fluage d'un acier 9%Cr-1%Mo modifié (de type P91) en fonction de la contrainte et de la température. Parmi les nombreux essais menés entre 475 et 600°C, l'un a donné lieu à rupture à 160000h à 500°C et un autre à 94000h à 600°C. Le modèle d'instabilité viscoplastique de Hart couplé à la loi de Norton permet de décrire l'évolution temporelle de la section en striction jusqu'à rupture. Le modèle prédit correctement les durées de vie pour les essais jusqu'à 60000h à basse température et les surestime pour les hautes températures.

## Abstract

This paper addresses instability of a modified 9Cr-1Mo steel creep tested at various engineering stress and temperature levels between 475 and 600°C. One specimen ruptured after 160000h at 500°C and another after 94000h at 600°C. The viscoplastic instability model proposed by Hart coupled with the Norton flow rule allows us to predict the evolution of the minimum section till rupture. The model correctly predicts time to rupture for tests up to 60000h at low temperatures and over estimates them at higher temperatures.

**Mots clés :** fluage, striction, P91, rupture, durée de vie, vitesse de déformation minimale

## 1 Introduction

Les aciers à 9-12%Cr présentent un intérêt pour les applications comme matériau de structure à haute température, comme dans les tuyauteries des réacteurs nucléaires de génération IV, grâce à leur bonne combinaison de propriétés mécaniques et de résistance à l'oxydation [1]. Un acier de cette famille, 9Cr-1Mo modifié (P91) a été largement étudié dans la littérature [1-3]. Sa microstructure à l'état revenu consiste en d'anciens grains austénitiques de 10-60µm [4-6], constitués de lattes de martensite revenue, décomposées en sous-grains de dimension 0,3-0,5µm [7-10]. Elle comprend aussi des précipités dont 85% sont situés sur les joints et les sous-joints [11] et de dislocations situées dans les sous-grains et aux joints de grains [1].

Le fluage à haute température de ce matériau a été très étudié mais à température supérieure à 550°C et pour une durée de vie inférieure à 100000h [12-15]. Parmi les nombreux essais effectués au CEA, un a conduit à rupture en 160000h (18 ans) à 500°C et un autre en 94000h (11 ans) à 600°C. Un essai à 500°C ayant duré 170000h (20 ans) demeure toujours en fluage stationnaire et un autre à 600°C de même durée est en fin du stade stationnaire. Cela montre qu'il est nécessaire de lancer des essais de fluage extrêmement longs afin de déterminer la durée de vie du matériau sollicité à faible contrainte. Nous développons ici un modèle qui permettra de prédire les courbes de fluage et la durée de vie à partir d'une partie seulement de ces courbes. Le modèle est appliqué à nos essais à 475°C, 500°C, 550°C et 600°C.

## 2 Matériaux et essais mécaniques

Deux tôles de type P91 sont étudiées en fluage, la tôle Marrel pour les essais à 500°C et 600°C, et la tôle Usinor à 475°C et 550°C. Leurs compositions chimiques sont données dans [1]. Leurs traitements thermiques consistent en une austénitisation (Marrel : 1070°C/7h, Usinor : 1050°C/30min) suivie d'un refroidissement (Marrel : à l'eau, Usinor : à l'air) puis d'un revenu (Marrel : 760°C/8h, Usinor : 780°C/1h) [1].

L'éprouvette de fluage a une forme cylindrique de diamètre 5mm et de longueur utile 40mm. Sa section initiale est notée  $A_{init}$ . Les essais de fluage sont menés sous chargement constant (voir le tableau 1).

T (°C)	$\sigma^{ing}$ (MPa)	$t_R$ (h)	T (°C)	$\sigma^{ing}$ (MPa)	$t_R$ (h)
475	340	9735	550	230	1230
500	370	14,8	550	200	10796
500	350	38	600	160	543
500	270	10396	600	140	2103
500	250	59347	600	125	5022
500	230	160000	600	110	14946
550	275	64	600	90	93749

Tableau 1. Caractéristiques des essais de fluage sur l'acier P91

### 3 Courbes de fluage

Nous retrouvons les 3 stades habituels de fluage sur les courbes expérimentales (temps,déformation): primaire, stationnaire et tertiaire (Figs. 1-3). Le stade stationnaire est identifié par une droite sur un large intervalle de temps et sa pente est la vitesse de déformation, notée  $\dot{\epsilon}_{min}^{ing}$  ( $s^{-1}$ ).

D'après nos identifications, le temps en fin de stade stationnaire vaut 30% de la durée de vie pour les essais les plus courts et 50% pour les essais les plus longs. Cela permet de constater que le temps en fin de stade stationnaire croît en fonction de la durée de vie.

Pour modéliser l'écoulement en fluage, nous utilisons la loi de Norton (1), identifiée par une droite passant par des points ( $\sigma^{ing}$ ,  $\log(\dot{\epsilon}_{min}^{ing})$ ) pour chacune des températures. Les paramètres de Norton sont reportés dans le tableau 2.

$$\dot{\epsilon}_{min}^{ing} = C(\sigma^{ing})^n \quad (1)$$

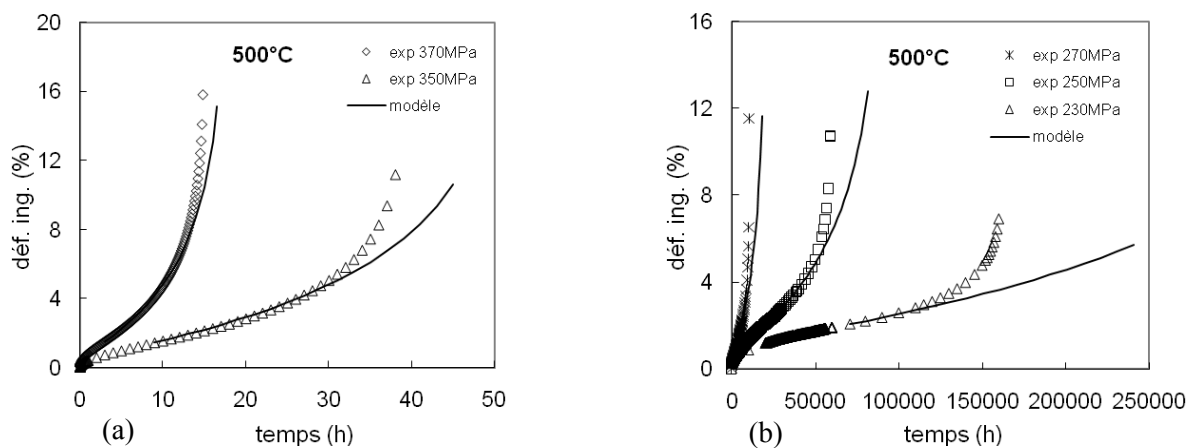


Fig. 1. Courbes de fluage expérimentales et prédites par le modèle de déformation homogène à 500°C

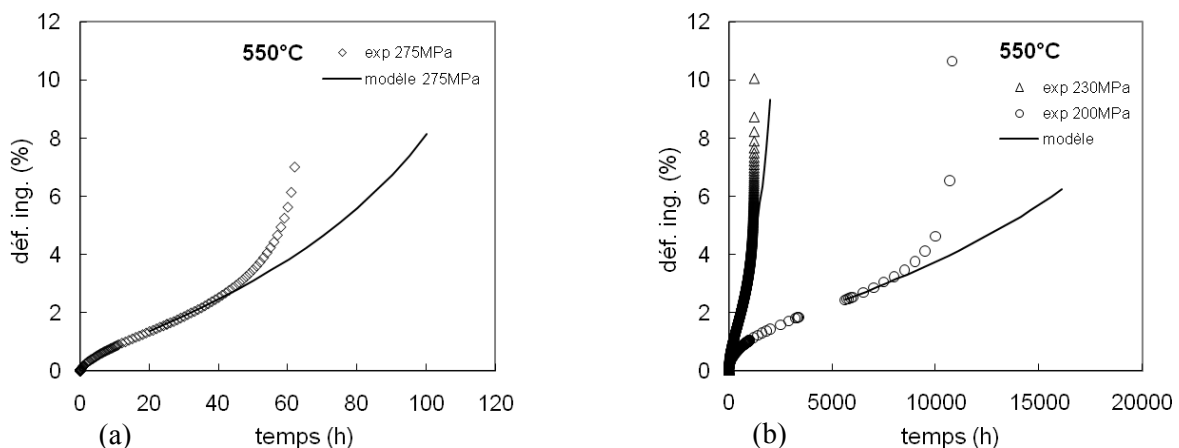


Fig. 2. Courbes de fluage expérimentales et prédites par le modèle de déformation homogène à 550°C.

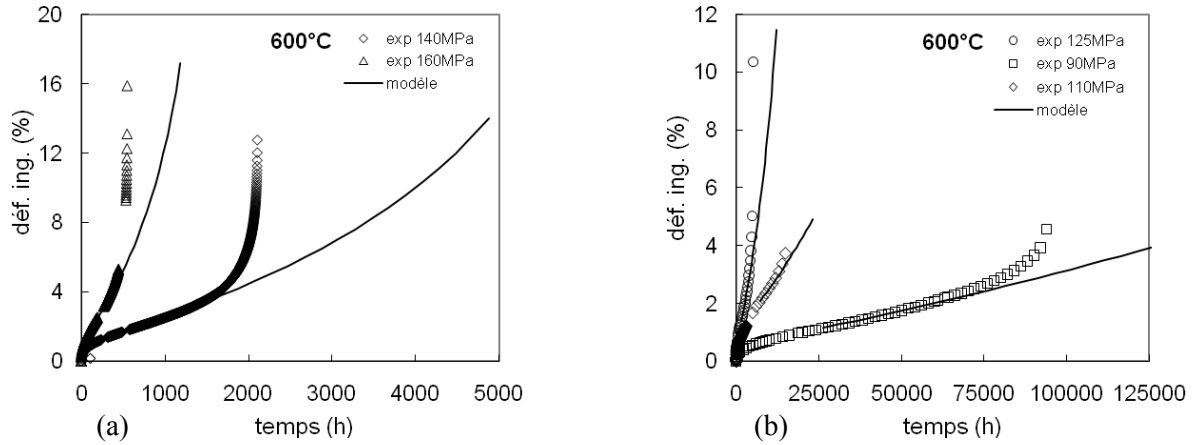


Fig. 3. Courbes de fluage expérimentales et prédites par le modèle de déformation homogène à 600°C.

Température °C	$n$	$C$ (s <sup>-1</sup> MPa <sup>-n</sup> )	Température °C	$n$	$C$ (s <sup>-1</sup> MPa <sup>-n</sup> )
475	9,3 [2]	4,43.10 <sup>-33</sup> [2]	550	16,8	1,79.10 <sup>-48</sup>
500	20,4	3,91.10 <sup>-59</sup>	600	10,0	1,45.10 <sup>-30</sup>

Tableau 2. Les paramètres de la loi de Norton (contraintes et déformation nominales) pour les différentes températures.

### 3.1 Courbes de déformation homogène

A l'instant  $t_0$  au cours de fluage stationnaire, nous supposons que la section de l'éprouvette est homogène. La déformation d'ingénieur (allongement relatif) est notée  $\varepsilon_0^{ing}$ , la section  $A_0$ , la contrainte vraie  $\sigma^v$ , la charge  $P$  (constante), et la contrainte nominale  $\sigma^{ing}$ . A l'instant  $t > t_0$ , nous supposons qu'il se produit une accélération continue due au rétrécissement homogène de la section. Nous notons  $\varepsilon^v$  la déformation vraie. En utilisant la loi de Norton en grandes transformations (2), la conservation du volume (3) et la contrainte vraie (4), nous obtenons l'expression de l'aire homogène (5) et de la déformation d'ingénieur (6).

$$\dot{\varepsilon}^v = C'(\sigma^v)^n \quad (2), \quad \dot{\varepsilon}^v = -\frac{\dot{A}}{A} \quad (3) \quad \text{et} \quad \sigma^v = \frac{P}{A} \quad (4)$$

$$A(t) = A_0 \left( 1 - nC' \left( 1 + \varepsilon_0^{ing} \right)^n \left( \sigma^{ing} \right)^n (t - t_0) \right)^{1/n} \quad (5)$$

$$\varepsilon^{ing}(t) = \exp(\varepsilon^v(t)) - 1 = \left( 1 + \varepsilon_0^{ing} \right) \left( 1 - nC' \left( 1 + \varepsilon_0^{ing} \right)^n \left( \sigma^{ing} \right)^n (t - t_0) \right)^{-1/n} - 1 \quad (6)$$

$$\text{Avec} \quad C' = \frac{C}{(1 + \varepsilon_0^{ing})^{n+1}} : \text{une constante}$$

L'équation (6) permet de tracer la déformation homogène  $\varepsilon^{ing}(t)$  de l'éprouvette à partir de l'instant  $t_0$ . Comme la vitesse de déformation diminue jusqu'à son minimum (au milieu du stade stationnaire généralement) suivie par une accélération, nous proposons donc de prendre  $t_0$  comme le temps qui correspond à ce minimum. Le critère d'instabilité est atteint juste après cet instant, comme nous le montrons dans la partie 4. Le modèle de déformation homogène ne présente pas d'écart important avec la courbe expérimentale avant la fin du stade stationnaire.

A 500°C, le modèle de déformation homogène prédit correctement la déformation de l'éprouvette jusqu'à 70-80% de la durée de vie pour les durées inférieures à 60000h et 60% pour la plus longue (160000h) (Fig.1). La prédiction est aussi correcte à 550°C jusqu'à 60-75% de la durée de vie et à 600°C pour les durées de vie  $\leq 15000$ h (Figs. 2-3). Enfin, le modèle prédit bien la courbe de fluage le plus long à 600°C (94000h) jusqu'à 50% de la durée de vie.

Ensuite, les courbes de déformation homogène s'écartent des courbes de fluage expérimentales à cause de l'évolution de la striction qui conduit à une déformation hétérogène (effet « de structure »), et de l'adoucissement du matériau qu'observent Masuyama et al. [3] et Straub et al. [16] (effet « métallurgique »).

#### 4 Etude de striction

A un instant  $t$  postérieur à  $t_0$ , l'aire de l'éprouvette vaut  $A$  et sa déformation d'ingénieur et vraie valent respectivement  $\varepsilon^{ing}$  et  $\varepsilon^v$ . Nous supposons, dans un premier temps, que la déformation reste homogène. S'il y a une petite variation de section par rapport à la section homogène, Hart [17] suppose que la déformation reste stable si cette variation n'a pas tendance à croître. Le critère de stabilité viscoplastique de Hart en cas de chargement constant (fluage à charge imposée) est défini par une des conditions suivantes :

$$\ddot{A} \geq 0 \text{ ou } \ddot{\varepsilon}^{ing} / \dot{\varepsilon}^{ing} - 2\dot{\varepsilon}^{ing} / (1 + \varepsilon^{ing}) \leq 0 \quad (7-8)$$

Quand cette condition n'est plus vérifiée, l'instabilité est atteinte et la striction débute. Nous utilisons une régression polynomiale d'ordre 6,  $\varepsilon^{ing} = P_6(t) = a_6 t^6 + a_5 t^5 + \dots + a_1 t + a_0$ , pour calculer les dérivées temporelles d'ordre 1 et 2 de la déformation (aux dépens de l'existence d'un véritable stade stationnaire) et déterminer l'instant  $t_{strict}$  où la striction débute. Nous avons vérifié que les résultats sont stables par rapport au choix du polynôme si le nombre de chiffres significatifs minimal des coefficients  $a_i$  est égal à 7. Modifier le degré du polynôme (4 ou 5) résulte en une variation de moins de 10% sur les résultats. Le critère d'instabilité est effectivement atteint juste après le minimum de vitesse de déformation calculé avec le polynôme.

A l'instant  $t_{strict}$ , la section de l'éprouvette est supposée homogène et égale à  $A_{strict}^{hom}$ , sauf en une zone (striction) où apparaît une non-homogénéité  $A_{strict}^{hom} + \delta A_{strict}$  ( $\delta A_{strict} < 0$ ). Nous supposons que l'éprouvette est divisée en deux parties, chacune de section homogène. A un instant  $t > t_{strict}$ ,  $A_{strict}^{hom}$  se développe en  $A^{hom}$  ( $< A_{strict}^{hom}$ ) et  $\delta A_{strict}$  en  $\delta A$  ( $< \delta A_{strict}$ ). Nous considérons que la contrainte est homogène dans chaque section de l'éprouvette (comme le rayon d'entaille est grand et par simplicité, nous négligeons les effets de triaxialité dus à l'incompatibilité de déformation entre sections). En tenant compte de la loi de Norton en contrainte et déformations vraie, Hart [17] obtient l'expression de  $\delta A$  (9). L'équation (10) est obtenue à partir de (5). Finalement, nous obtenons l'expression de l'aire en zone de striction (11).

$$\delta A = \delta A_{strict} \left( A_{strict}^{hom} / A^{hom} \right)^{n-1} \quad (9)$$

$$A^{hom}(t) = A_{strict}^{hom} \left( 1 - nC' \left( 1 + \varepsilon_{strict}^{ing} \right)^n \left( \sigma^{ing} \right)^n (t - t_{strict}) \right)^{1/n} \quad (10)$$

$$\left( A^{hom} + \delta A \right)(t) = A^{hom}(t) \left( 1 + \left( \delta A_{strict} / A_{strict}^{hom} \right) \left( 1 - nC' \left( 1 + \varepsilon_{strict}^{ing} \right)^n \left( \sigma^{ing} \right)^n (t - t_{strict}) \right)^{-1} \right) \quad (11)$$

L'équation (11) permet de prédire en fonction du temps l'évolution de la section en zone de striction. La rupture est prédite quand le rapport entre l'aire finale en zone de striction et l'aire initiale  $A_{final}^{strict} / A_{init} = (A^{hom} + \delta A)_{final} / A_{init}$  atteint une valeur critique. Cette valeur est comprise entre 20% (valeur prise selon l'expérience [18,19]), et 80% qui correspond à l'apparition des cavités ductiles de taille 40nm à la déformation vraie de 25% à température ambiante [20]. La durée de vie prédite est appelée sous-estimée pour le critère de 80% et surestimée pour celui de 20%.  $\delta A_{strict}$  est calculée avec une variation de diamètre de 20µm qui correspond à la rugosité de surface selon les mesures de profilométrie. Des défauts de 1µm et 50µm sont aussi testés, mais il en résulte une variation de moins de 10% sur les prédictions de durée de vie. Les Fig. 4a et 4b montrent l'évolution de la section en zone de striction prédite pour deux essais longs à 500°C et 600°C. Le rapport  $A_{final} / A_{init}$  est pris à 0,4 à 500°C et 0,85 à 600°C selon les mesures de réduction d'aire [18]. Les durées de vie prédites pour le critère de 20% et 80% de réduction d'aire diffèrent peu. Après le début de l'instabilité, l'aire en zone de striction diminue doucement et enfin chute rapidement. Cette évolution prédite est en accord avec Straub et al. [16]. et Giroux et al. [21] qui n'observent pas de variation importante de section en zone de striction par rapport à la section homogène sauf peu avant la rupture. Le modèle d'instabilité surestime de moins de 50% la durée de vie pour les essais à 475 et 500°C de durée inférieure à 60000h. Il surestime de 100% la durée de vie de l'essai le plus long (160000h) à 500°C. Enfin, il

surestime de 100-150% la durée de vie des essais à 550°C, et de plus de 200% à 600°C. Vu les incertitudes expérimentales ( $\pm 50\%$ ), le modèle prédit correctement les durées de vie inférieures à 60000h pour les basses températures ( $\leq 500^\circ\text{C}$ ).

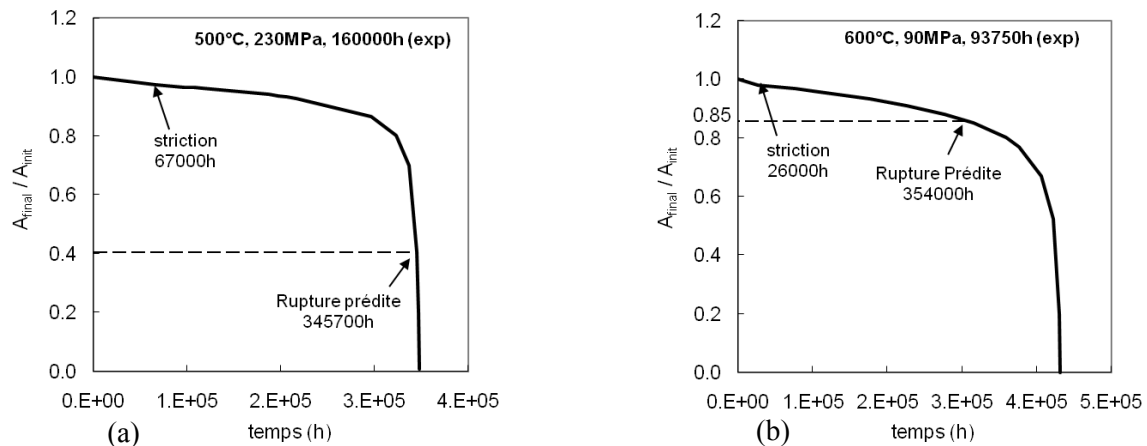


Fig. 4. Evolution de la section en zone de striction.

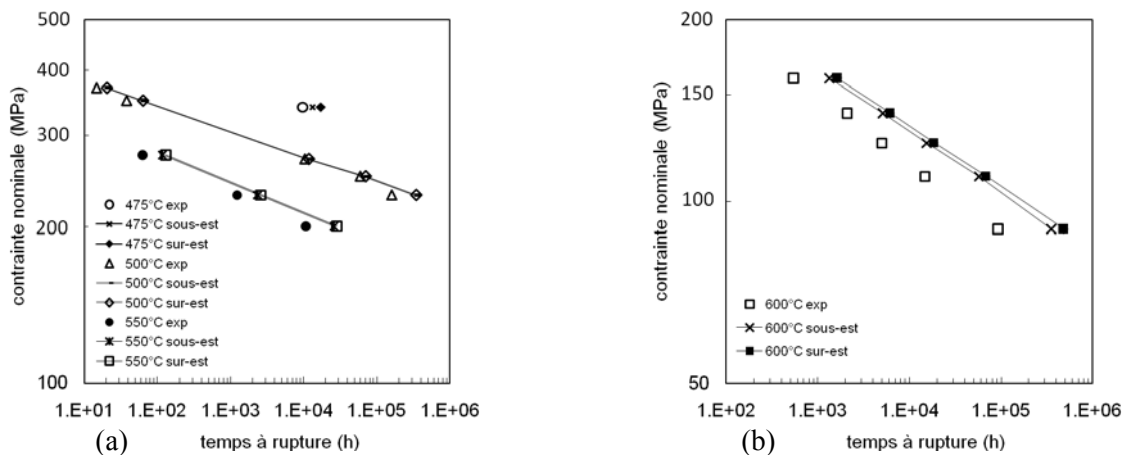


Fig. 5. Les durées de vie prédites (sous-estimées et surestimées) et expérimentales.

Straub et al. [16] comparent les résultats des essais de fluage en traction à force imposée et en compression à contrainte imposée, à 600°C sur un acier X20CrMoV12 1. Ils voient sur les courbes ( $\log(\dot{\epsilon}_v), \epsilon_v$ ) des deux essais que la vitesse de déformation atteint une valeur minimale, puis croît de même manière dans les deux cas. L'absence de striction et de nucléation de cavités en compression explique que la croissance de vitesse de déformation est due à l'adoucissement du matériau, ce qui est en accord avec Masuyama [3] qui constate que la dureté diminue avec le temps et la température. Or, l'effet de « structure » modélisé ici tient compte seulement de la vitesse de déformation minimale mais pas de l'effet de cet adoucissement « métallurgique ». L'adoucissement s'intensifie lorsque la température ou la durée de vie augmentent. D'abord, la taille des sous-grains de P91 augmente au cours du fluage et elle devient maximale à la durée de vie plus longue [22,23] et pour des températures plus élevées [23]. Ensuite, la densité de dislocations diminue pour les durées de vie élevées [9]. La diminution de la densité de dislocations conduit à la disparition des sous-joints et à la diminution de taille des sous-grains, par conséquent à l'adoucissement du matériau.

L'adoucissement provient également de l'évolution des précipités existants au départ ( $M_{23}C_6$ ) et des précipités formés en fluage (les phases de Laves  $Fe_2Mo$  ou  $Fe_2W$  selon les aciers). Les phases de Laves [24,25] et  $M_{23}C_6$  [22,25] grossissent et leur densité (en nombre) diminue lorsque la durée et la température d'essai augmentent. Les phases de Laves ont pour effet de diminuer la résistance de la solution solide par appauvrissement en molybdène [19]. Elles conduisent à une modification de la vitesse de fluage minimale et à une diminution de la durée de vie finale [13]. La réduction du nombre et le grossissement des  $M_{23}C_6$  induit une diminution de la densité d'obstacles aux dislocations et un grossissement des sous-grains [19].

L'endommagement inter-granulaire de fluage est observé au MEB-FEG dans les zones situées loin de la striction après les fluages longs à 500°C (160000h) et à 600°C (94000h). L'absence de prise en compte de ces cavités ainsi que de leur croissance a pour conséquence une surestimation des durées de vies longues.

## 5 Conclusion

Le modèle d'instabilité viscoplastique de Hart permet de prédire correctement les durées de vie pour les basses températures ( $\leq 500^\circ\text{C}$ ) à durée de vie inférieure à 60000h. Il surestime les durées de vie pour les essais longs et à haute température ( $\geq 550^\circ\text{C}$ ). En effet, l'absence de prise en compte de l'adoucissement du matériau et de l'endommagement inter-granulaire de fluage dans le modèle résulte en une surestimation pour les durées longues et les hautes températures.

Afin d'améliorer le modèle, la loi de comportement viscoplastique doit prendre en compte dans un premier temps l'accélération de la vitesse de déformation liée à l'adoucissement métallurgique. De plus, l'endommagement doit être également intégré dans le modèle. Nous allons distinguer deux types d'endommagement : endommagement ductile pour les durées courtes et endommagement inter-granulaire de fluage pour les durées longues. Nous suggérons que l'endommagement ductile est dû à une décohésion rapide de l'interface précipité-matrice accélérée par la création de phases de Laves à haute température. L'endommagement inter-granulaire de fluage sera quantifié par mesures expérimentales. Un modèle de croissance de cavités sera aussi utilisé pour simuler l'évolution de l'endommagement par cavitation.

## Références bibliographiques

- [1] B. Fournier, Comportement et endommagement en fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr, Thèse de doctorat, CEA/ DEN/DMN/SRMA/LC2M, Ecole des Mines de Paris (2007).
- [2] Règles de conception et de construction des centrales électronucléaires, 2002.
- [3] F. Masuyama, Hardness Model for Creep Life Assessment of High Strength Martensitic Steels, Kyushu Institute of Technology, Japan, 2008.
- [4] V. Shankar, M. Valsan, K. Bhanu Sankara Rao, R. Kannan, S. Mannan, S. Pathak, Mater. Sci. Eng. A Vol. 437, 2006, p. 413-422.
- [5] G. Eggeler, A. Dlouhy, Zeitschrift Metallkunde Vol. 7, 2005, p. 743-748.
- [6] F. Abe, S. Nakazawa, H. Araki, T. Noda, Metall. Trans. Vol. 23A, 1992, p. 469-477.
- [7] E. Cerri, E. Evangelista, S. Spigarelli, P. Bianchi, Mater. Sci. Eng. A Vol. 245, 1998, p. 285-292.
- [8] P. Ennis, A. Zieklinska-Lipiec, A. Czyrska-Filemonowicz, Parsons 2000 advanced materials for 21<sup>st</sup> century turbines and power plant, Proceedings of the Fifth International Charles Parsons Turbine Conference, ed. A. Strang et al., IOM, London, 2000, p. 498-507.
- [9] P. Ennis, A. Czyrska-Filemonowicz, OMMI Vol. 1, 2002, p. 1-27.
- [10] P. Ennis, W. Quadackers, Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference, ed. A. Strang et al., IOM, London, 2000, p. 265-274.
- [11] Y. Qin, G. Götz, W. Blum, Mat. Sci. Eng. A Vol. 341, 2003, p. 211-215.
- [12] V. Sklenička, K. Kucharova, M. Svoboda, L. Kloc, J. Bursik, A. Kroupa, Mater. Charact. Vol. 51, 2003, p. 35-48.
- [13] F. Abe, T. Horiuchi, M. Taneike, K. Kimura, S. Muneki, M. Igarahi, Proceedings of the 10<sup>th</sup> Joint International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Prague, Czech Republic, 2001, p. 16-25.
- [14] K. Kimura, H. Kushima, F. Abe, K. Yagi, Mater. Sci. Eng. A Vol. 234-236, 1997, p. 1079-1082.
- [15] K. Milicka, F. Dobes, Int. J. Press. Vess. Piping Vol. 83, 2006, p. 625-634.
- [16] S. Straub, M. Meier, J. Ostermann, W. Blum, VGB Kraftwerkstechnik Vol. 73, 1993, No. 8, p. 646-653.
- [17] E.W. Hart, Acta Metall. Vol. 15, 1967, p. 351-355.
- [18] Erin M. Haney, F. Dalle, M. Sauzay, L. Vincent, I. Tournié, Mater. Sci. Eng. A, 2009 (in press).
- [19] V. Gaffard, Experimental study and modeling of high temperature creep flow and damage behavior of 9Cr1Mo-NbV steels and weldments, PhD thesis, Ecole des Mines de Paris, 2005.
- [20] B. A. Senior, F. W. Noble, B. L. Eyre, Acta. Metall. Vol. 34, 1986, N° 7, p. 1321-1327
- [21] P.F. Giroux, F. Dalle, M. Sauzay, G. Perez, I. Tournié, V. Rabeau, J. Malaplate, T. Van Den Berghe, B. Fournier, A.F. Gourgues-Lorenzon, 2<sup>nd</sup> International ECCC Conference 2009, Dübendorf, Suisse.
- [22] A. Orlová, J. Buršík, K. Kuchařová, V. Sklenička, Mater. Sci. Eng. A Vol. 245, 1998, p. 39-48.
- [23] E. Cerri, E. Evangelista, S. Spigarelli, P. Bianchi, Mater. Sci. Eng. A Vol. 245, 1998, p. 285-292.
- [24] G. Dimmler, P. Weinert, E. Kozeschnik, H. Cerjak, Mater. Charact. Vol. 51, 2003, p. 341-352.
- [25] J. Hald, Materials at High Temperatures Vol. 21, 2004, p. 41-46.